

0006860716 *Drawing available*

WPI Acc no: 1994-250687/199431

XRAM Acc no: C1994-114004

XRPX Acc No: N1994-198115

**Niobium superconducting filament and wire prepn. - comprises winding niobium and metal sheets in densely zigzagged roll to increase contact area and give high critical current density**

Patent Assignee: SUMITOMO ELECTRIC IND CO (SUME)

Inventor: AYAI N; YAMADA Y

Patent Family ( 6 patents, 8 countries )

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
EP 609804	A1	19940810	EP 1994101383	A	19940131	199431	B
FI 199400459	A	19940803	FI 1994459	A	19940131	199439	E
JP 6290651	A	19941018	JP 199410470	A	19940201	199501	E
EP 609804	B1	19991020	EP 1994101383	A	19940131	199948	E
DE 69421197	E	19991125	DE 69421197	A	19940131	200002	E
			EP 1994101383	A	19940131		
RU 2122758	C1	19981127	RU 19942998	A	19940201	200015	E

Priority Applications (no., kind, date): JP 199315404 A 19930202

#### Patent Details

Patent Number	Kind	Lan	Pgs	Draw	Filing Notes	
EP 609804	A1	EN	20	13		
Regional Designated States, Original	AT DE FR GB IT					
JP 6290651	A	JA	12	12		
EP 609804	B1	EN				
Regional Designated States, Original	AT DE FR GB IT					
DE 69421197	E	DE			Application	EP 1994101383
					Based on OPI patent	EP 609804

#### Alerting Abstract EP A1

A wire for a Nb<sub>3</sub>X superconducting wire is formed by superposing and winding up a pure Nb or Nb alloy sheet (16) and a metal X sheet (17) or X alloy which reacts with Nb to form a superconducting alloy; the interface between the sheets is densely zigzagged to increase the contact area. Also claimed are (i) a wire as above for a multifilament superconducting wire formed by embedding a number of filament wires in a matrix; (ii) a wire as in the first claim above formed by heat treating the wound sheets; (iii) a multifilament wire as above formed by heat treating; (iv) a method of preparing the wire above comprising heat treating the Nb sheet, winding up with the X metal sheet, and working to reduce the wires sectional area; (v) a method as above, followed by bonding many such worked

wires, charging in a cylinder and further working to reduce sectional area; (vi) a method as above in which the multifilamentary wire is heat treated while being worked.

X is Al, Sn or Ge, and Nb is at least 99% pure. Heat treating the Nb sheet is sufficient to adjust the crystal structure and irregularities crystal orientation, and is at 700-1100 deg.C for 1-10 hrs.

USE/ADVANTAGE - For high magnetic field superconducting materials for nuclear fusion reactors, power storage, etc. The densely zigzagged interface gives increased formation of Nb<sub>3</sub>X and thus higher critical current density, without increasing the amt. of working needed.

**Title Terms /Index Terms/Additional Words:** NIOBIUM; SUPERCONDUCTING; FILAMENT; WIRE; PREPARATION; COMPRISE; WIND; METAL; SHEET; DENSE; ZIGZAG; ROLL; INCREASE; CONTACT; AREA; HIGH; CRITICAL; CURRENT; DENSITY

### Class Codes

#### International Patent Classification

IPC	Class Level	Scope	Position	Status	Version Date			
H01L-039/24			Main		"Version 7"			
C22F-0001/00	A	I	F	R	20060101			
H01B-0012/10	A	I	L	R	20060101			
H01B-0013/00	A	I	L	R	20060101			
H01L-0039/24	A	I		R	20060101			
C22F-0001/00	C	I	F	R	20060101			
H01B-0012/10	C	I	L	R	20060101			
H01B-0013/00	C	I	L	R	20060101			
H01L-0039/24	C	I		R	20060101			

File Segment: CPI; EPI

DWPI Class: L03; X12

Manual Codes (EPI/S-X): X12-D06A; X12-D06A1; X12-D06B1

Manual Codes (CPI/A-N): L03-A01C



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 122 758** <sup>(13)</sup> **C1**  
 (51) МПК<sup>6</sup> **H 01 B 12/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 94002998/09, 01.02.1994

(30) Приоритет: 02.02.1993 JP 5-15404

(46) Дата публикации: 27.11.1998

(56) Ссылки: EP, патентный N 0440799, кл. H 01 B 12/10, 1991. Sumitomo, Denki, N 139, September 1991, pp/93-100.

(71) Заявитель:  
Сумитомо Электрик Индастриз, Лтд. (JP)

(72) Изобретатель: Юити Ямада (JP),  
Наоки Айай (JP)

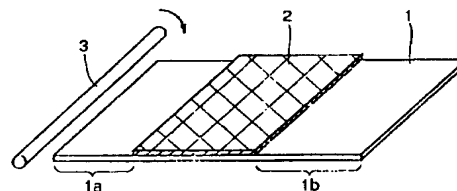
(73) Патентообладатель:  
Сумитомо Электрик Индастриз, Лтд. (JP)

### (54) ПРОВОЛОКА ДЛЯ Nb<sub>3</sub>X СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ПРОВОДА И СПОСОБ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ

#### (57) Реферат:

Изобретение относится к сверхпроводникам. Согласно изобретению проволока для Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода, содержит стабилизирующую матрицу с внедренными в нее сверхпроводящими проволоочными жилами, каждая из которых выполнена из медного прутка, слоистой части, сформированной из двух листов, первый из которых выполнен из чистого ниобия или его сплава, и второй - из металла или сплава содержащих, атомы X, которые вступают во взаимодействие с ниобием с образованием сверхпроводящего соединения, причем между медным прутком и слоистой частью и поверх нее расположены слои, сформированные указанным листом ниобия или его сплава, и соприкасающиеся поверхности двух листов и ниобиевого листа и медного прутка выполнены зигзагообразными для увеличения площади контакта между ними; способ получения проволоки для Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода, при котором совмещают лист из чистого ниобия или сплава ниобия со вторым листом из металла или сплава, содержащих атомы X, которые вступают во взаимодействие с ниобием с образованием

сверхпроводящего соединения, полученную заготовку наматывают на медный пруток, после чего производят обработку проволоки для уменьшения площади ее поперечного сечения, при этом до совмещения листов лист из ниобия или его сплава термообработывают при температуре и в течение времени, достаточных для перестроения кристаллической структуры и разупорядочивания ориентации кристаллов ниобия, а при совмещении двух листов концевые участки листа из ниобия или сплава ниобия оставляют свободными от второго листа для получения слоев барьера диффузии. Сверхпроводящий провод на основе заявленной проволоки обладает высокой критической плотностью тока. 2 с. и 3 з.п. ф-лы., 13 ил., 1 табл.



Фиг.1

RU 2 122 758 C1

RU 2 122 758 C1



RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 122 758** <sup>(13)</sup> **C1**  
(51) Int. Cl.<sup>6</sup> **H 01 B 12/00**

## (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 94002998/09, 01.02.1994

(30) Priority: 02.02.1993 JP 5-15404

(46) Date of publication: 27.11.1998

(71) Applicant:  
Sumitomo Ehlektrik Indastriz, Ltd. (JP)

(72) Inventor: Juiti Jamada (JP),  
Naoki Ajaj (JP)

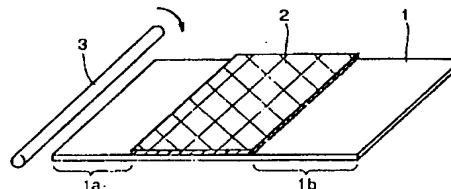
(73) Proprietor:  
Sumitomo Ehlektrik Indastriz, Ltd. (JP)

### (54) WIRE FOR NB3X SUPERCONDUCTOR AND METHOD FOR ITS MANUFACTURING

#### (57) Abstract:

FIELD: superconductors. SUBSTANCE: device has stabilizing matrix, which includes superconducting wires, each of which is made from copper rod, filament which consists of two tapes, first of which is made from pure niobium or its alloy; second tape is made from metal or alloy having atoms of X which interact with niobium providing superconducting composition. In addition layers which are formed by niobium tape or its alloy are located between copper rod and filament and touching surfaces of two tapes and niobium tape and copper rod article is zigzag-shaped in order to increase contact area. Corresponding method involves joining tape made from pure niobium or niobium alloy to second tape which is made from metal or alloy having atoms of X which interact with niobium providing superconducting composition; coiling said article over

copper rod, processing wire in order to decrease its section area. Prior to joining tape made from pure niobium or niobium alloy, it is processed by temperature for sufficient period which allows restructuring of crystal structure and niobium crystal lattice disordering. When two tapes are joined, ends of tape made from pure niobium or niobium alloy are left free from second tape in order to provide diffusion barrier layers. EFFECT: increased critical current density. 5 cl, 13 dwg, 1 tbl, 6 ex



Фиг.1

RU 2 122 758 C1

RU 2 122 758 C1

Настоящее изобретение относится к проволоке для Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода и способу ее получения, а более конкретно, оно относится к проволоке для Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода, которая применяется в качестве сверхпроводящих материалов больших магнитных полей, например, электромагнитов со сверхпроводящей обмоткой для термоядерных реакторов или т.п., и способа ее получения.

Обычно Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящий материал, например, Nb<sub>3</sub>Sn, Nb<sub>3</sub>Ge или Nb<sub>3</sub>Al, предполагается использовать в качестве сверхпроводящего материала, поскольку он пригоден для создания больших магнитных полей, для которых сверхпроводящий материал на основе сплава NbTi не может быть признан удовлетворительным. В частности, сверхпроводящий материал Nb<sub>3</sub>Al представляется приемлемым сверхпроводящим материалом для термоядерного реактора, который получает большую напряженность магнитного поля в большом магнитном поле, или сверхпроводящим материалом для накопления энергии, вследствие большого критического тока и превосходного эффекта напряжения - деформация в больших магнитных полях.

Как правило, сверхпроводящий материал Nb<sub>3</sub>X, который обладает крайне высокой твердостью и хрупкостью по сравнению с материалом сверхпроводящего сплава, например, NbTi, трудно обрабатывается с помощью пластической деформации. Таким образом, были проведены различные исследования способа получения Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего материала.

Фиг. 12 - диаграмма состояний бинарного сплава Nb-Al.

Из фиг. 12 следует, что Nb<sub>3</sub>Al стабильно существует при высокой температуре по меньшей мере 1600°C со стехиометрическим отношением Nb к Al равным 3:1. Однако при температуре ниже 1600°C Nb<sub>3</sub>Al образуется в смеси с Nb<sub>2</sub>Al, который является несверхпроводящим материалом. Следовательно, сверхпроводящий материал соединения Nb<sub>3</sub>Al, который получают при низкой температуре менее 1600°C, имеет обычно низкую критическую температуру, низкое критическое магнитное поле (H<sub>c</sub>) и низкую критическую плотность тока (J<sub>c</sub>). Таким образом, в практике не было способа получения сверхпроводящего материала Nb<sub>3</sub>Al, хотя излучался способ резкого охлаждения материала с высокой температуры по меньшей мере 1600°C в течение короткого времени или т.п.

Однако, недавно было признано, что превосходное соединение Nb<sub>3</sub>Al образуется в части, имеющей короткую диффузионную длину атомов Al в слое Nb и/или части, имеющей короткую диффузионную длину атомов Nb в слое Al, даже если температура не превышает 1000°C. В результате этого были разработаны способы производства, например, порошковой металлургии (PM), способ трубки, обработки композитного материала, например, экструзия плакированных частиц, и способ мягкотелого рулона. Каждый из этих способов

приспособлен для смешивания чистого Nb или материала, содержащего Nb, с чистым Al или материалом, содержащим Al, в очень тонком состоянии, и может увеличить упомянутую выше часть, имеющую короткую диффузионную длину. Следовательно, в соответствии с таким способом возможно получить сверхпроводящий материал Nb<sub>3</sub>Al с высокими характеристиками, имеющий стехиометрическое отношение Nb к Al композиции близкое к 3:1, высокую критическую температуру, высокое критическое магнитное поле (H<sub>c</sub>) и высокую критическую плотность тока (J<sub>c</sub>).

Среди вышеупомянутых способов получения, с помощью способа мягкотелого рулона, который является прототипом настоящему изобретению, можно выгодно получать сверхпроводящий провод, имеющий многожильную структуру, содержащую стабилизирующий материал, и просто получать длинный материал. Таким образом, этот способ является самым практичным способом получения Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода.

Далее способ мягкотелого рулона описывается со ссылкой на фиг. 13.

На фиг. 13 приведена принципиальная технологическая схема получения Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего многожильного провода в соответствии со способом мягкотелого рулона.

Из фиг. 13 следует, что сначала с помощью процессов плавления и прокатки получают лист Nb высокой чистоты и лист Al высокой чистоты. Затем для получения провода (мягкотелого рулона) лист Nb и лист Al накладывают друг на друга и наматывают на медный прут, не содержащий окислов. После этого провод устанавливают в медную трубку, не содержащую окислов, вытягивают в провод гексагонального поперечного сечения и затем нарезают для получения гексагональных отрезков 109 требуемой длины. Затем множеством таких гексагональных отрезков 109 заполняют медную трубку для получения заготовки, которая, в свою очередь, герметизируется в вакууме с помощью электронно-лучевой сварки и подвергается экструзии. После этого сформированную многожильную проволоку вытягивают и скручивают, формируют, свивают и при необходимости наносят изоляцию, сматывают в бунт и после этого подвергают термической обработке для образования сверхпроводящей фазы (структуры A15 соединения Nb<sub>3</sub>Al). Более подробно вышеупомянутый способ мягкотелого рулона описывается в Sumitomo, Denki, N 139, September 1991, pp. 93 - 100.

Для образования с помощью этого способа мягкотелого рулона соединения Nb<sub>3</sub>X, имеющего превосходную сверхпроводимость, необходимо максимизировать количество обработки, например, волочения, для уменьшения площади поперечного сечения и уменьшения толщины первого и второго листа для увеличения величины вышеупомянутой части, имеющей короткую диффузионную длину.

Однако когда площадь поперечного сечения проволоки уменьшают с помощью волочения или т.п., проволока неоднородно деформируется вследствие различия прочности на разрыв (N/квдратный

миллиметр), пластичности, ударной вязкости, хрупкости и деформационного упрочнения между первым листом, вторым листом и медной матрицей, которая используется в качестве стабилизирующего материала, что приводит к повреждению или разрыву.

Другими словами, обычный способ мягкотелого рулона имеет такую проблему, что требуется увеличить величину обработки, например волочения, для уменьшения площади поперечного сечения, чтобы улучшить сверхпроводимость, например, критическую плотность тока ( $J_c$ ), в то время как увеличение величины обработки может привести к увеличению вероятности повреждения или разрыва проволоки.

Технической задачей настоящего изобретения является создание проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящего провода и способа его получения, имеющего высокую критическую плотность тока ( $J_c$ ) и т.д. по сравнению с известной проволокой и способом ее получения.

Решение вышеупомянутой технической задачи в соответствии с настоящим изобретением обеспечивается созданием проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящего провода, содержащей стабилизирующую матрицу с внедренными в нее сверхпроводящими проволочными жилами, каждая из которых выполнена из медного прутка, слоистой части, сформированной из двух листов, первый из которых выполнен из чистого ниобия или его сплава, и второй - из металла или сплава, атомы которых вступают во взаимодействие с ниобием с образованием сверхпроводящего соединения, при этом между медным прутком и слоистой частью и поверх нее расположены слои, сформированные указанным листом ниобия или его сплава, и соприкасающиеся поверхности двух листов и ниобиевого листа и медного прутка выполнены зигзагообразными для увеличения площади контакта между ними.

Атомы металла  $X$  предпочтительно получают из металла, выбранного из группы, состоящей из  $Al$ ,  $Sn$  и  $Ge$ . С другой стороны,  $Nb$ , который содержится в первом листе, предпочтительно имеет чистоту, по меньшей мере, 99,0%.

В соответствии с другим аспектом настоящего изобретения обеспечивается способ получения проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящего провода, при котором совмещают лист из чистого ниобия или сплава ниобия со вторым листом из металла или сплава, атомы которых вступают во взаимодействие с ниобием с образованием сверхпроводящего соединения, полученную заготовку наматывают на медный пруток, после чего производят обработку проволоки для уменьшения площади ее поперечного сечения, причем до совмещения листов. Лист из ниобия или его сплава термообработывают при температуре и в течение времени, достаточных для перестроения кристаллической структуры и разупорядочивания ориентации кристаллов ниобия, а при совмещении двух листов концевые участки листа из ниобия или сплава ниобия оставляют свободными от второго листа для получения слоев барьера диффузии.

Этап термической обработки первого

листа предпочтительно выполняется в температурном диапазоне и в течение времени, которые достаточны для перестроения кристаллической структуры первого листа и разупорядочивания ориентаций кристаллов. Кроме того, этап термической обработки первого листа предпочтительно выполняют в температурном диапазоне  $700 - 1100^\circ C$  в течение 1 - 10 ч.

Обработка, направленная на уменьшение площади поперечного сечения проволоки и т.п., выполняется, например, волочением, протяжкой проволоки, ковкой, прокаткой и т.п.

В проволоке для  $Nb_3X$  сверхпроводящего провода в соответствии с настоящим изобретением конечная поверхность раздела между первым и вторым листами является сильно зигзагообразной для увеличения площади контакта между первым и вторым листами, которые совмещаются и свертываются.

Как правило, высококачественное соединение  $Nb_3X$ , содержащее  $Nb$  и  $X$  в соотношении 3:1, образуется в окрестности поверхности раздела первого и второго листов с помощью диффузионного взаимодействия (термической обработки). В соответствии с настоящим изобретением, количество образования высококачественного соединения  $Nb_3X$  при термической обработке увеличивается, поскольку увеличивается площадь контакта между первым и вторым листами.

В проволоке для сверхпроводящего провода в соответствии с настоящим изобретением поверхность раздела между первым и вторым листами образует плотные зигзаги, посредством чего увеличивается вышеупомянутая часть, имеющая короткую диффузионную длину. Следовательно, диффузионная способность атомов металла  $X$  и атомов  $Nb$ , посредством чего увеличивается количество  $Nb_3X$ , которое образуется с помощью термической обработки в единицу времени, по сравнению с предшествующим уровнем техники. Таким образом, становится возможным получить  $Nb_3X$  сверхпроводящий провод, имеющий более высокую критическую плотность тока ( $J_c$ ) по сравнению с критической плотностью тока, получаемой на предыдущем уровне техники.

Кроме того, в проволоке для  $Nb_3X$  сверхпроводящего провода в соответствии с настоящим изобретением площадь контакта между первым и вторым листами увеличивается так, что с помощью диффузионного взаимодействия (термической обработки) заданное количество  $Nb_3X$  может быть образовано за более короткий промежуток времени по сравнению с предшествующим уровнем техники. Средний размер зерна фазы  $Nb_3X$ , образованной за такое короткое время улучшается по сравнению с кристаллами, образуемыми в течение длительного периода времени, посредством чего увеличивается пининг.

Термин "пининг" указывает на неподвижную фиксацию магнитного потока. Когда имеется ток и магнитное поле, напряженность магнитного поля, которая обеспечивается продуктом плотности тока и плотности магнитного потока, прикладывается

к магнитному потоку. Когда напряженность магнитного поля превышает силу пининга, магнитный поток начинает перемещаться для генерации напряжения. Таким образом, плотность тока в соперничающем состоянии силы пининга и напряженности магнитного поля могут быть названы критической плотностью тока в магнитном поле. Магнитный поток может быть захвачен дефектом кристаллической решетки или границей зерна и высокую критическую плотность тока ( $J_c$ ) получают, когда  $Nb_3X$  фиксируется в виде мелких зерен, поскольку пининг увеличивается.

В частности,  $Nb_3X$  сверхпроводящая проволока в соответствии с настоящим изобретением, как описано выше, может образовывать зерна соединения  $Nb_3X$ , имеющие меньший средний размер зерна по сравнению со средним размером зерна предыдущего уровня техники. Следовательно, пининг увеличивается и  $Nb_3X$  сверхпроводящая проволока, обладающая признаками изобретения, обладает высокой критической плотностью тока ( $J_c$ ).

Кроме того, в  $Nb_3X$  сверхпроводящей проволоке настоящего изобретения поверхность раздела между первым и вторым листами является зигзагообразной. Другими словами, как первый, так и второй лист частично уменьшаются по толщине. Таким образом, в отличие от предшествующего уровня техники нет необходимости уменьшать общую толщину первого и второго листов путем увеличения величины обработки для уменьшения площади поперечного сечения, посредством чего сильно уменьшается повреждение и разрыв проволоки.

Кроме того, в соответствии с настоящим изобретением поверхности раздела между первым и вторым листами придают зигзагообразность благодаря использованию термической обработки первого листа. В частности, в первом листе благодаря термической обработке первого листа перестраивается кристаллическая структура, так что ориентации кристаллов разупорядочиваются. Термообработанный первый лист совмещается со вторым листом, свертывается в рулон и подвергается обработке для уменьшения площади поперечного сечения, посредством чего направление поверхности скольжения первого листа разупорядочивается в процессе обработки, образуя зигзагообразную поверхность раздела между первым и вторым листами.

На фиг. 1 приведено перспективное изображение, на котором схематически показан первый этап получения проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящей проволоки в соответствии с примером настоящего изобретения; на фиг. 2 изображено поперечное сечение, на котором схематически показана проволока, полученная на этапе, представленном на рисунке 1; на фиг. 3 - перспективное изображение, на котором схематически показан второй этап получения проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящей проволоки в соответствии с примером настоящего изобретения; на фиг. 4 - перспективное изображение, на котором схематически

показан третий этап получения проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящей проволоки в соответствии с примером настоящего изобретения; на фиг. 5 - перспективное изображение, на котором схематически показан четвертый этап получения проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящей проволоки в соответствии с примером настоящего изобретения; на фиг. 6 - схематическое поперечное сечение проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящего многожильного провода в соответствии с примером настоящего изобретения; на фиг. 7 - увеличенное схематическое поперечное сечение, иллюстрирующее проволоку, показанную на фиг. 6; на фиг. 8 - схематическое поперечное сечение проволоки для  $Nb_3X$  многожильного сверхпроводящего провода в соответствии со сравнительным примером; на фиг. 9 - увеличенное схематическое поперечное сечение, иллюстрирующее проволоку, показанную на фиг. 8; на фиг. 10 - схематическое поперечное сечение проволоки для  $Nb_3X$  сверхпроводящего многожильного провода в соответствии с другим обычным примером; на фиг. 11 - увеличенное схематическое поперечное сечение, иллюстрирующее проволоку, показанную на фиг. 10; на фиг. 12 - диаграмма состояний бинарного сплава  $Nb-Al$ ; на фиг. 13 - принципиальная технологическая схема процесса обычного способа получения для  $Nb_3X$  сверхпроводящего многожильного провода в соответствии со способом мягкотелого рулона.

Пример 1.

Фиг. 1 - 7 - принципиальные схемы, иллюстрирующие способ получения  $Nb_3Al$  сверхпроводящего многожильного провода в соответствии с настоящим изобретением.

Из фиг. 1 следует, что сначала с помощью плавления и прокатки получают ниобиевый лист 1, состоящий из ниобиевой фольги толщиной 0,18 мм, шириной 300 мм и длиной 800 мм. Этот ниобиевый лист 1 выдерживают при температуре в диапазоне 700 - 900°C в течение 2 ч, и после этого в процессе термической обработки (так называемого отжига) охлаждают до комнатной температуры.

Затем алюминиевый лист 2, состоящий из алюминиевой фольги толщиной 0,05 мм, шириной 300 мм и длиной 500 мм, совмещают с поверхностью термически обработанного ниобиевого листа 1. В это время обе концевые части 1a и 1b ниобиевого листа 1 не накладываются на алюминиевый лист 2.

Затем листы 1 и 2 обертывают вокруг медного прутка 3 диаметром 3 мм и длиной 400 мм с конца части 1a ниобиевого листа 1. В частности, для приготовления проволоки (так называемой части мягкотелого рулона) 4 концевая часть 1a ниобиевого листа 1 сначала оборачивается вокруг медного прутка 3 на четыре оборота, затем после этого накручивают совмещенные части ниобиевого листа 1 и алюминиевого листа 2 и наконец другую концевую часть 1b. После этого с обеих концевых частей медного прутка 3, в общем 100 мм, удаляют лишнее.

Фиг. 2 - схематическое поперечное сечение полученной проволоки 4.

Из фиг. 2 следует, что эта проволока 4 состоит из первого слоя барьера диффузии 5,

который сформирован вокруг расположенного в центре медного прутка 3, слоистой части 6, которая сформирована вокруг первого слоя барьера диффузии 5, и второго слоя барьера диффузии 7, который сформирован вокруг слоистой части 6. Первый слой барьера диффузии 5 образуется концевой частью 1a ниобиевого листа 1, который имеет четыре оборота вокруг прутка. С другой стороны, в слоистой части 6 обернутые слои, образованные ниобиевым листом 1 и алюминиевым листом 2 попеременно чередуются в совмещенном положении. Кроме того, второй слой диффузионного барьера 7 образован концевой частью 1b ниобиевого листа 1, который обернут на множество оборотов.

Из фиг. 3 следует, что эта проволока 4 была вставлена в медную трубку 8, имеющую внешний диаметр 19 мм и внутренний диаметр 16 мм, и затем протянута для получения гексагонального отрезка 9.

Фиг. 4 - перспективное изображение, на котором показан полученный гексагональный отрезок 9.

Из фиг. 4 следует, что гексагональный отрезок 9 имеет гексагональное поперечное сечение с расстоянием между плоскими сторонами равным 2 мм и длиной 200 мм.

На фиг. 5 показано, что приблизительно 800 таких гексагональных отрезков 9 загрузили в медную трубку 10 с внешним диаметром 70 мм и внутренним диаметром 68 мм и после этого оба конца 10a и 10b медной трубки 10 были закрыты медными крышками (не показано) и герметизированы электронно-лучевой сваркой для получения заготовки (не показано). Затем эту заготовку экструдировали и неоднократно протягивали для получения проволоки 11 диаметром 1 мм.

На фиг. 6 приведено схематическое поперечное сечение полученной проволоки 11.

Из фиг. 6 следует, что эта проволока образована медной матрицей (стабилизирующий материал) 12 и рядом внедренных в нее проволок 13, состоящих из Nb, Al и Cu.

Фиг. 7 - схема модели микрофотографии увеличений 40 или 80, на которой показано поперечное сечение каждой проволоки 13.

Из фиг. 7 следует, что проволока 13 состоит из первого слоя барьера диффузии 15, содержащего ниобий, который образован для окружения внешней поверхности, расположенной в центре, медной матрицы (стабилизирующий материал) 14, слоистой части 18, которая образована для окружения первого слоя барьера диффузии 15, и второго слоя барьера диффузии 19, содержащего ниобий, который образован для окружения слоистой части 18. Кроме того, другая медная матрица (стабилизирующий материал) 20 образована вокруг проволоки 13 для окружения внешней поверхности второго слоя барьера диффузии 19.

В этой проволоке 13 чередующиеся, содержащие ниобий слои 16 и содержащие алюминий слои 17 в виде спирали сформированы в слоистой части 18. Поверхности раздела между содержащими ниобий слоями 16 и содержащими алюминий слоями 17 придана большая зигзагообразность для увеличения площади контакта между содержащими ниобий слоями

16 и содержащими алюминий слоями 17. Кроме того, обе поверхности раздела между первым слоем барьера диффузии 15 и медной матрицей 14 и между вторым слоем барьера диффузии 19 и медной матрицей 20 также являются зигзагообразными.

Пример 2.

Проволока 11 диаметром 1 мм, полученная в примере 1, была дополнительно протянута для получения проволоки диаметром 0,6 мм.

Полученная проволока имела структуру, подобную структуре проволоки примера 1, показанной на рисунке 7. Однако, содержащие ниобий слои 16 и содержащие алюминий слои 17 имели в общем меньшую толщину, чем у проволоки в соответствии с примером 1, поскольку величина протяжки была больше, чем в примере 1.

Сравнительный пример 1.

С целью сравнения проволока 21 диаметром 1 мм была получена из содержащего ниобий листа, который не подвергали термической обработке. Другие условия были абсолютно подобны условиям в примере 1 и поэтому нет необходимости в излишнем описании.

Фиг. 8 - схематическое поперечное сечение полученной проволоки 21.

Из фиг. 8 следует, что эта проволока 21 образована медной матрицей (стабилизирующий материал) 22 и рядом внедренных в нее проволок 23, состоящих из Nb, Al и Cu.

Фиг. 9 - схема модели микрофотографии увеличения 40 или 80 поперечного сечения каждой проволоки 23.

Из фиг. 9 следует, что проволока 23 состояла из первого, содержащего ниобий, слоя барьера диффузии 25, который образован для окружения внешней поверхности, расположенной в центре, медной матрицы (стабилизирующий материал) 24, слоистой части 28, которая образована для окружения первого слоя барьера диффузии 25, и второго, содержащего алюминий, слоя барьера диффузии, который образован для окружения слоистой части 28. Кроме того, другая медная матрица (стабилизирующий материал) 30 сформирована вокруг проволоки 23 для окружения внешней поверхности второго слоя барьера диффузии 29.

В этой проволоке 23 чередующиеся содержащие ниобий слои 26 и содержащие алюминий слои 27 спирально сформированы в слоистой части 28. Поверхность раздела между содержащими ниобий слоями 26 и содержащими алюминий слоями 27 была равной.

Сравнительный пример 2.

Полученная в сравнительном примере 1 проволока 21 диаметром 1 мм была дополнительно протянута для получения проволоки диаметром 0,6 мм.

Полученная проволока имела структуру поперечного сечения подобную структуре проволоки в соответствии со сравнительным примером 1, показанной на фиг. 9. Однако содержащие ниобий слои 26 и содержащие алюминий слои 27 имели в общем меньшую толщину, чем у проволоки сравнительного примера 1, поскольку величина протяжки была большей, чем в сравнительном примере 1.



## Сравнительный пример 3.

Проволока 31 диаметром 1 мм была получена с помощью использования вместо содержащего ниобий листа лист, содержащий ниобий и 1% Zr. Другие условия были абсолютно подобны условиям сравнительного примера 1 и поэтому нет необходимости в излишнем описании.

Фиг. 10 - схематическое поперечное сечение полученной проволоки 31.

Из фиг. 10 следует, что эта проволока 31 образована матрицей (стабилизирующий материал) 32 меди и рядом внедренных в нее проволок 33, состоящих из Nb-1% Zr, Al и Cu.

Фиг. 11 - схема модели микрофотографии увеличений 40 или 80 поперечного сечения каждой проволоки 33.

Из фиг. 11 следует, что проволока 33 состоит из первого, содержащего ниобий, слоя барьера диффузии 35, который образован для окружения внешней поверхности, расположенной в центре, медной матрицы (стабилизирующий материал) 34, слоистой части 38, которая образована для окружения первого слоя барьера диффузии 35, и второго, содержащего алюминий, слоя барьера диффузии, который образован для окружения слоистой части 38. Кроме того, другая медная матрица (стабилизирующий материал) 40 сформирована вокруг проволоки 33 для окружения внешней поверхности второго слоя барьера диффузии 39.

В этой проволоке 33 чередующиеся, содержащие ниобий, слои 36 и содержащие алюминий слои 37 спирально сформированы в слоистой части 38. Слоистая часть 38 имеет также равные очертания по сравнению со слоистой частью, полученной в сравнительном примере 1.

## Сравнительный пример 4.

Для получения проволоки диаметром 0,6 мм проволока 31 диаметром 1 мм, полученная в сравнительном примере 3, была дополнительно протянута.

Полученная проволока имела в поперечном сечении структуру подобную структуре проволоки сравнительного примера 3, показанной на фиг. 11. Однако содержащие ниобий слои 36 и содержащие алюминий слои 37 имели в общем меньшую толщину, чем у проволоки сравнительного примера 3, поскольку величина протяжки была больше, чем в сравнительном примере 3.

## Испытание на сверхпроводимость.

Шесть типов проволок, полученных в примерах 1 и 2 и сравнительных примерах 1 - 4 для сверхпроводящих проводов, подвергали термической обработке при 800 °C в течение 5 часов, на которых затем измеряли критические плотности тока ( $J_c$ ) при 4,2 К и 12 Т. В таблице приведены полученные результаты измерений.

Как очевидно из таблицы, проволоки в соответствии с примерами, которые имеют диаметр, идентичный диаметру проволоки в сравнительных примерах, достигают более высоких критических плотностей тока ( $J_c$ ), поскольку поверхностям раздела между содержащими ниобий слоями и содержащими алюминий слоями была придана сильная зигзагообразность для увеличения контактных площадей между этими слоями.

Из сравнения сравнительных примеров друг с другом следует, что более высокая

плотность тока ( $J_c$ ) была достигнута при большей величине протяжки перед термической обработкой.

Атомы металла X для взаимодействия с ниобием и образования соединения, обладающего сверхпроводимостью, могут быть получены, например, из Sn или Ge вместо алюминия, используемого в приведенных выше примерах. Кроме того, сплав, содержащий ниобий, и/или сплав, содержащий атомы металла X, может, например, дополнительно содержать Ge, Sn, Ti, Si, Hf, Ta, Zr, Mg, Be или т. п.

Этап термической обработки первого листа чистого ниобия или ниобиевого сплава предпочтительно выполняют в температурном диапазоне 700 - 1100 °C в течение 1 - 10 ч. Температурный диапазон ниже 700 °C является недостаточным для перестроения зернистой структуры и формирования первого листа, имеющего неупорядоченные ориентации зерен. С другой стороны, термическая обработка, которую выполняют в температурном диапазоне 700 - 1100 °C в течение менее 1 ч, является недостаточной для перестроения зернистой структуры и образования первого листа, имеющего неупорядоченные ориентации зерен, в то время как не рекомендуется превышение 10 ч, поскольку зерна ниобия становятся большого размера, что делает первый лист хрупким.

Кроме того, условия термической обработки (отжига) для первого листа изменяются в зависимости от гомогенности композиции болванки чистого ниобия или ниобиевого сплава перед прокаткой, содержания примесей, гистерезиса обработки и т. п. Когда используется высококачественная болванка, имеющая превосходную гомогенность композиции и малое содержание примесей, может быть использован низкотемпературный отжиг болванки, в то время как термическая обработка, увеличивающая размеры зерен, склонна уменьшаться. Следовательно, если первый лист получают из высококачественного материала, эффект настоящего изобретения может быть в достаточной степени достигнут путем проведения термической обработки при 700 - 800 °C в течение 2 ч. Кроме того, этот этап термической обработки предпочтительно проводят в вакууме, степень которого составляет приблизительно  $10^{-3}$  -  $10^{-7}$  торр.

## Формула изобретения:

1. Проволока для Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода, содержащая стабилизирующую матрицу с внедренными в нее сверхпроводящими проволочными жилами, каждая из которых выполнена из медного прутка, слоистой части, сформированной из двух листов, первый из которых выполнен из частичного ниобия или его сплава, и второй - из металла или сплава, содержащих атомы X, которые вступают во взаимодействие с ниобием с образованием сверхпроводящего соединения, отличающаяся тем, что между медным прутком и слоистой частью и поверх нее расположены слои, сформированные указанным листом ниобия или его сплава, и соприкасающиеся поверхности двух листов и ниобиевого листка и медного прутка выполнена зигзагообразными для увеличения

RU 2 1 2 2 7 5 8 C 1

площади контакта между ними.

2. Проволока по п.1, отличающаяся тем, что ниобий, содержащийся в первом листе, имеет по меньшей мере 99,0% чистоты.

3. Проволока по п.1 или 2, отличающаяся тем, что атомы X, содержащиеся в металле или сплаве, из которого выполнен второй лист, выбраны из группы, состоящей из Al, Sn, Ge.

4. Способ получения проволоки для Nb<sub>3</sub>X сверхпроводящего провода, при котором совмещают лист из чистого ниобия или сплава ниобия со вторым листом из металла или сплава, содержащих атомы X, которые вступают во взаимодействие с ниобием с образованием сверхпроводящего соединения, полученную заготовку наматывают на медный

пруток, после чего производят обработку проволоки для уменьшения площади ее поперечного сечения, отличающийся тем, что до совмещения листов лист из ниобия или его сплава термообрабатывают при температуре и в течение времени, достаточных для перестроения кристаллической структуры и разупорядочивания ориентации кристаллов ниобия, а при совмещении двух листов концевые участки листа из ниобия или сплава ниобия оставляют свободными от второго листа для получения слоев барьера диффузии.

5. Способ по п.4, отличающийся тем, что указанную термообработку осуществляют в температурном диапазоне 700 - 1100°C в течение 1 - 10 ч.

20

25

30

35

40

45

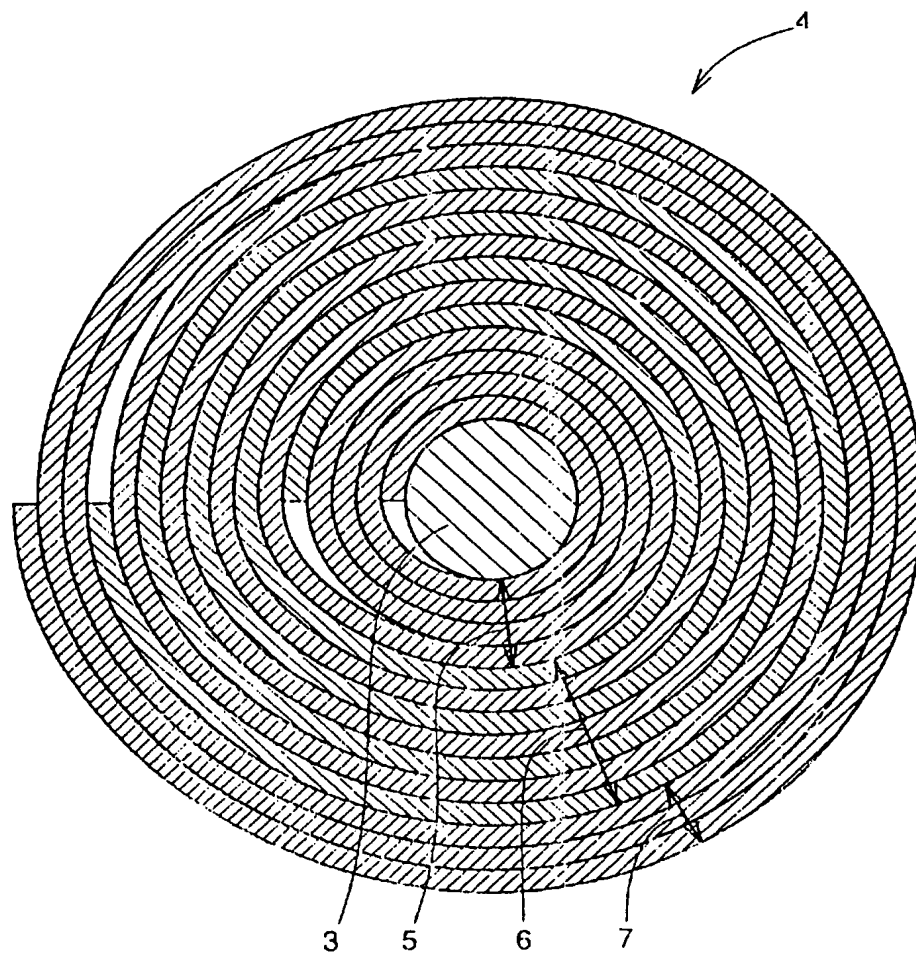
50

55

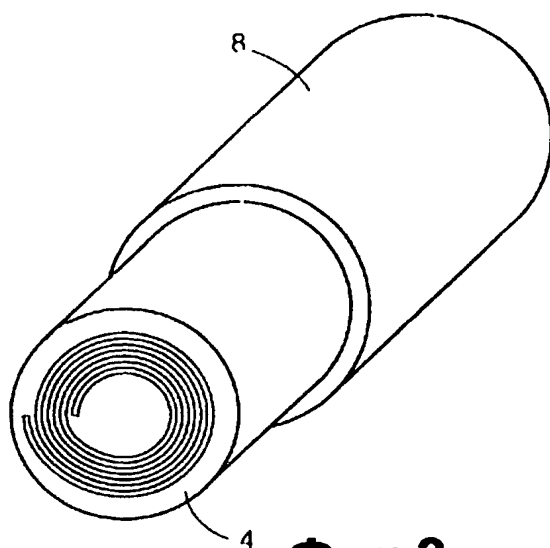
60

RU 2 1 2 2 7 5 8 C 1

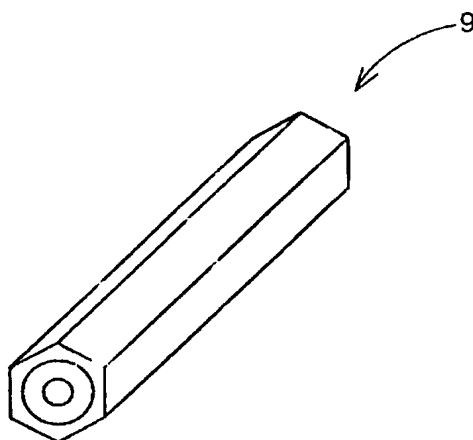
	Первый лист		Диаметр проволоки (мм)	Критическая плотность тока $J_c$ (121) (А/кв. мм)
	Материал	Термическая обработка		
Пример1	Ниобиевая фольга	Да	1,0	350
Пример2	Ниобиевая фольга	Да	0,6	450
Сравнительный пример1	Ниобиевая фольга	Нет	1,0	250
Сравнительный пример2	Ниобиевая фольга	Нет	0,6	350
Сравнительный пример3	Ниобиевая фольга с 1%Zr	Нет	1,0	180
Сравнительный пример4	Ниобиевая фольга с 1% Zr	Нет	0,6	230



Фиг.2



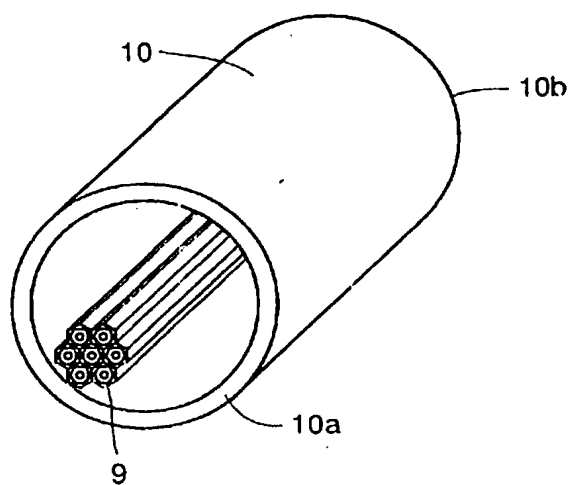
**Фиг.3**



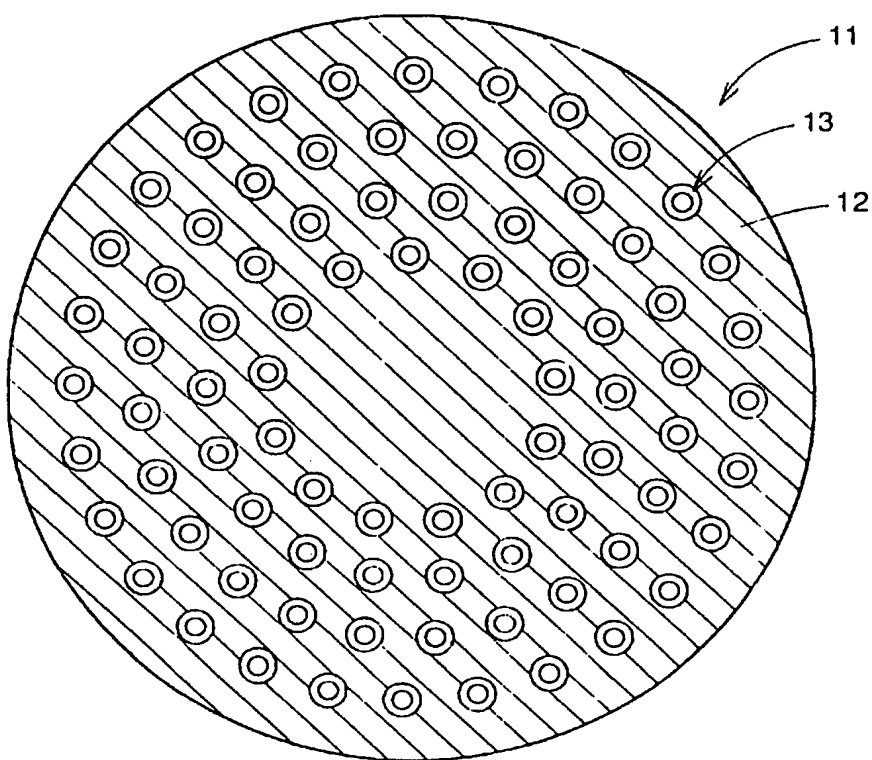
**Фиг.4**

RU 2122758 C1

RU 2122758 C1



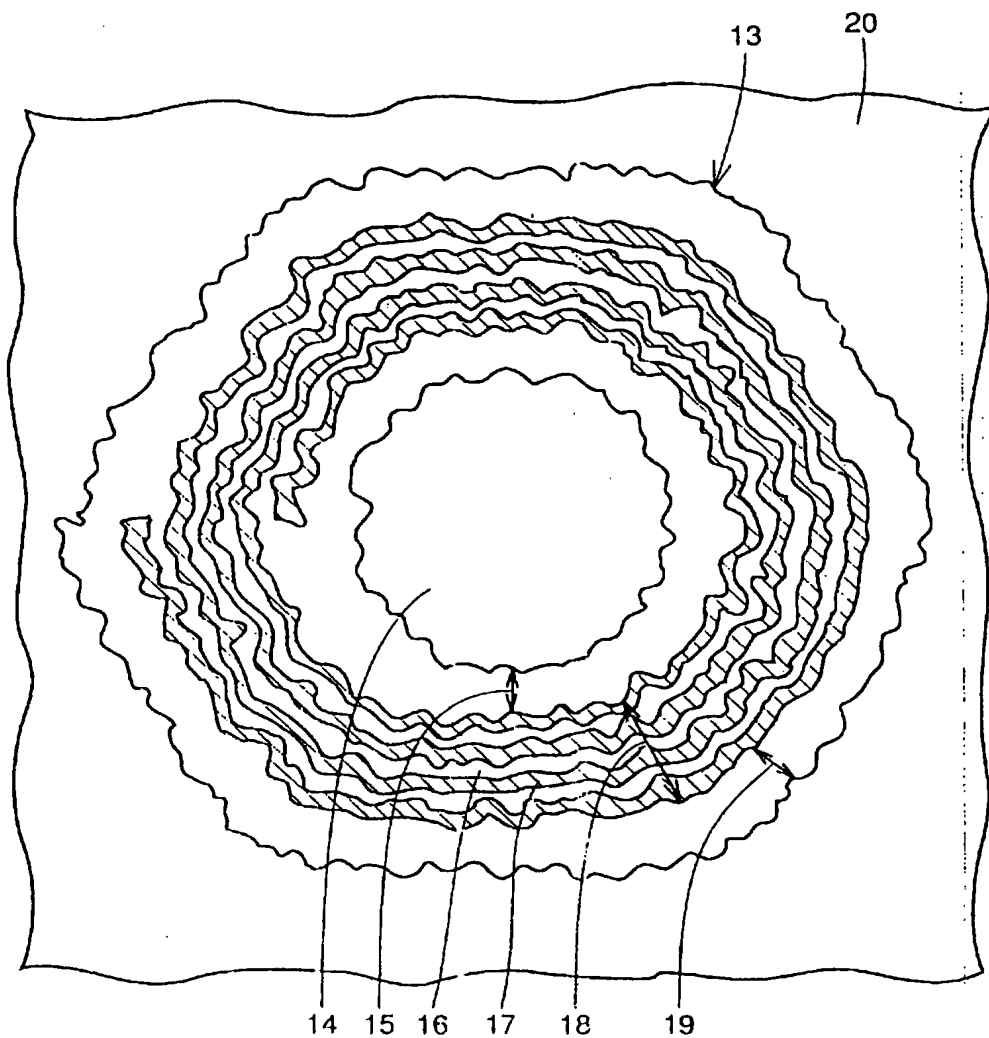
Фиг.5



Фиг.6

RU 2122758 C1

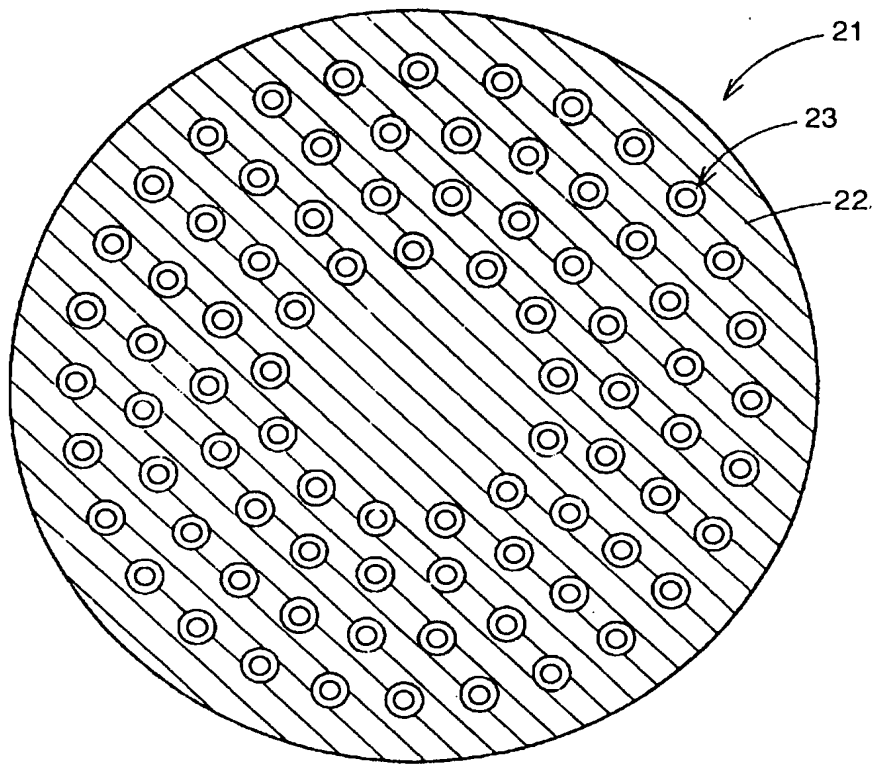
RU 2122758 C1



Фиг.7

RU 2122758 C1

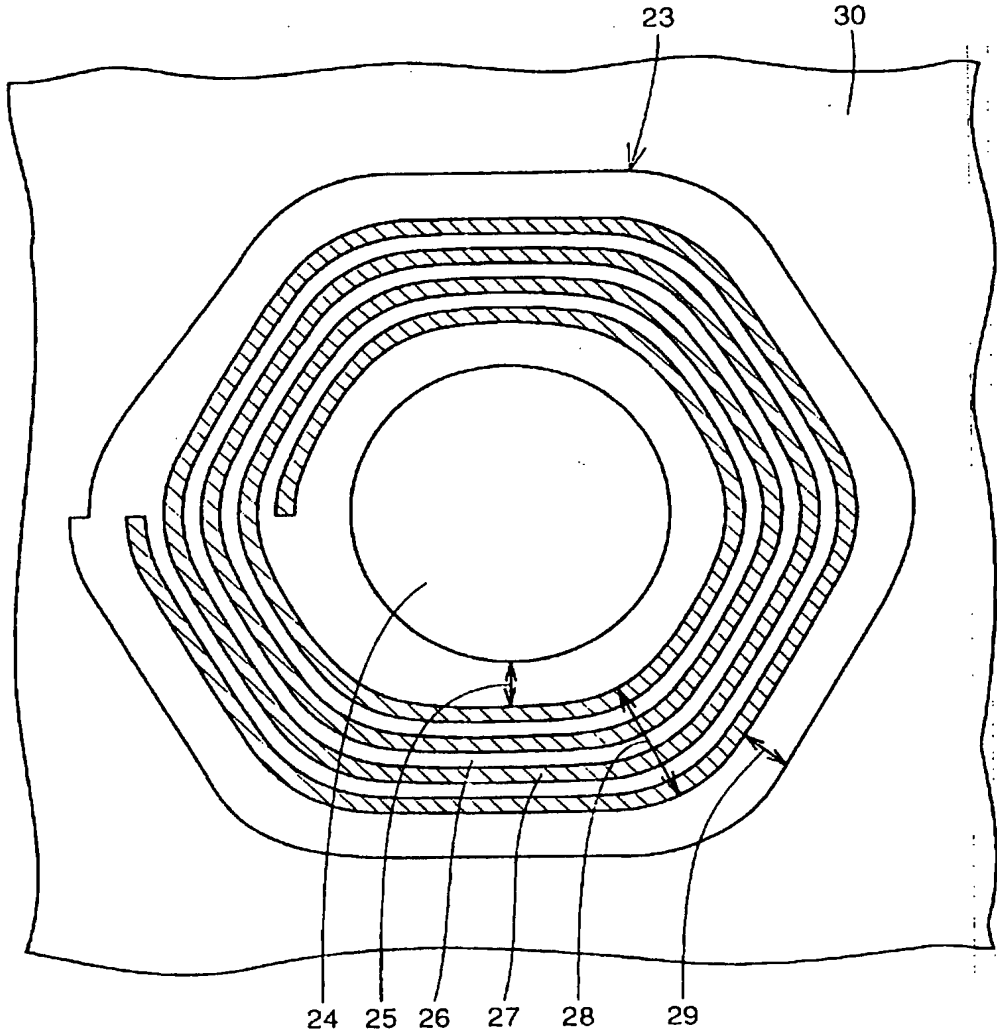
RU 2122758 C1



Фиг.8

RU 2122758 C1

RU 2122758 C1

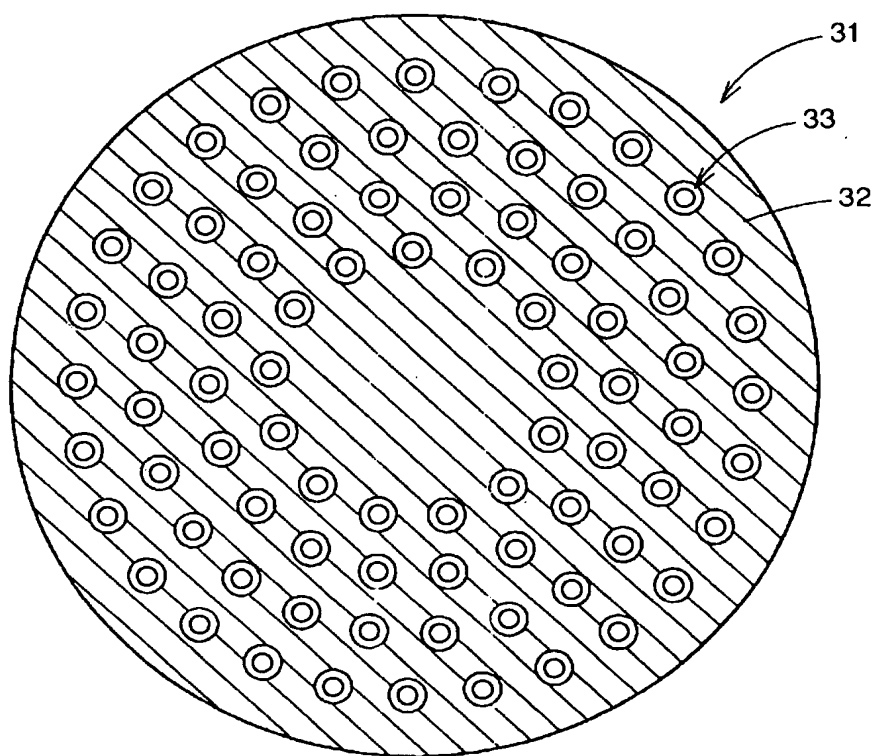


Фиг.9

RU 2122758 C1

RU 2122758 C1

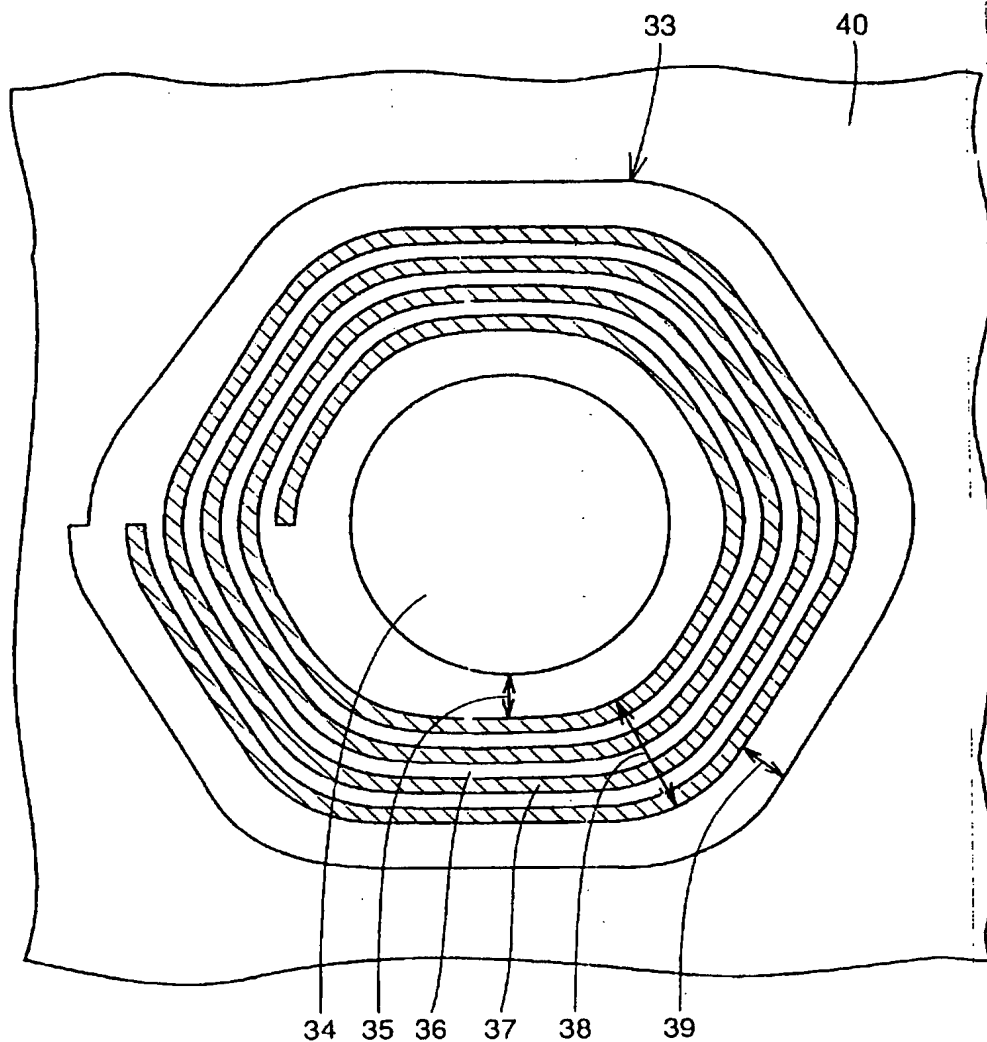




Фиг.10

RU 21222758 C1

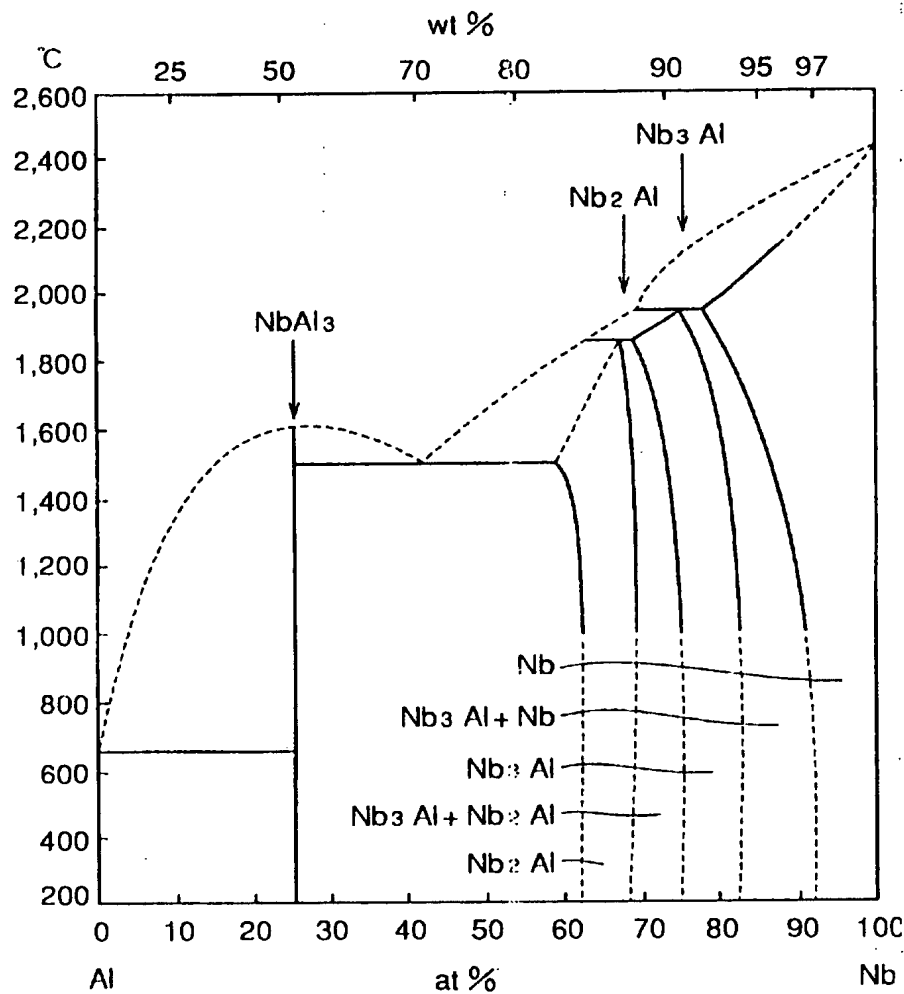
RU 21222758 C1



Фиг.11

RU 2122758 C1

RU 2122758 C1

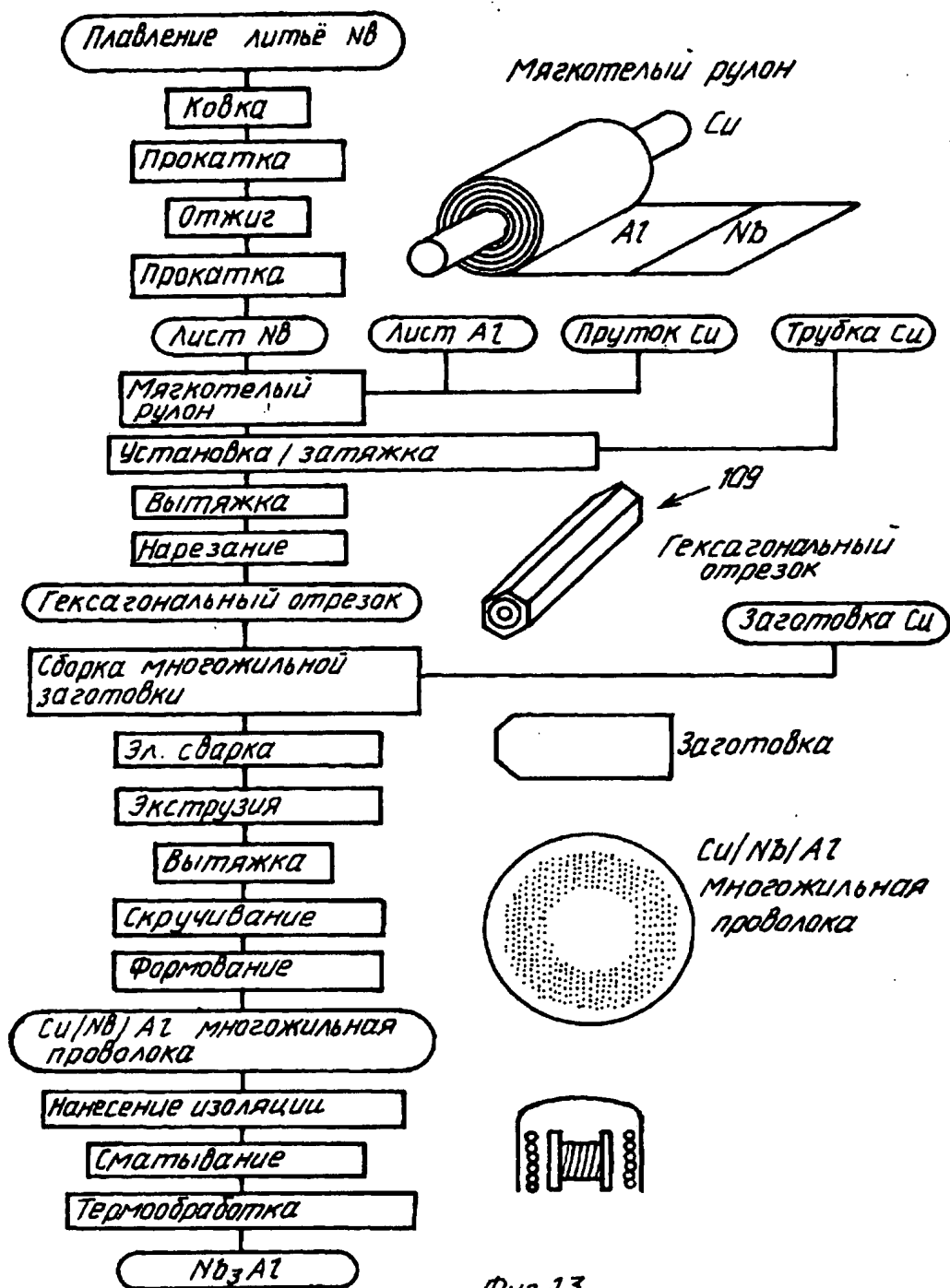


Nb-Al BINARY ALLOY PHASE DIAGRAM

Фиг.12

RU 2122758 C1

RU 2122758 C1



RU 2122758 C1

RU 2122758 C1